

SNI

STANDAR NASIONAL INDONESIA

SNI 07 - 3119 - 1992

UDC 669.14.001.4 : 546.74

UJI KIMIA KADAR NIKEL DALAM BAJA DENGAN METODE GRAVIMETRI

DEWAN STANDARDISASI NASIONAL - DSN

Berdasarkan usulan dari Departemen Perindustrian
standar ini disetujui oleh Dewan Standardisasi Nasional
menjadi Standar Nasional Indonesia dengan nomor :

SNI 07 - 3119 - 1992

DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP	1
2. CARA UJI	1
3. LAPORAN	2

UJI KIMIA KADAR NIKEL DALAM BAJA DENGAN METODA GRAVIMETRI

1. RUANG LINGKUP

Standar ini merupakan cara uji kimia kadar nikel dalam baja, dengan batas konsentrasi Nikel 0,1 — 5,0%.

2. CARA UJI

2.1 Cara Pengambilan Contoh

Cara pengambilan contoh uji sesuai dengan ASTM. E.59-1978.

Pengambilan contoh uji besi dan baja untuk penetapan komposisi kimia.

2.2 Metoda Gravimetri dengan Dimetilglioksim

2.2.1 Prinsip

Nikel dimetilglioksim diendapkan dengan cara menambahkan larutan Dime-tilglioksim dalam alkohol ke dalam larutan contoh yang mengandung ammo-nium sitrat.

Untuk mendapatkan endapan sempurna dilakukan dua kali pengendapan.

2.2.2 Pengganggu

Kobal (Co) Tembaga (Cu) dan Mangan (Mn) yang berada dalam bentuk valensi II akan menghabiskan dimetilglioksim, karena itu perlu penambahan larutan dimetilglioksim berlebih untuk mengendapkan nikel.

2.2.3 Pereaksi dan Peralatan

2.2.3.1 Pereaksi

Semua pereaksi yang digunakan p.a

-- Asam Klorida, (HCl 1 + 1), (HCl 5 + 95)

-- Asam Nitrat, HNO₃ pekat (65%)

-- Asam Perklorat, HClO₄ pekat (70%)

--- Amonium Hidroksida, NH₄OH pekat (25%)

-- Larutan Amonium Sitrat {(NH₄)₂ HC₆H₅O₇} (200 g/l)

Larutkan 200 g diammonium hidrogen sitrat dalam 600 ml air.

Saring, encerkan sampai 1 liter

- Larutan dimetilglioksim (CH₃.C: NOH)₂ (10 g/l).

Larutkan 10 gram dimetilglioksim dalam metanol atau etanol, encerkan sampai 1 liter dengan metanol atau etanol, Saring, sebelum digunakan.

2.2.3.2 Peralatan

-- Peralatan Gelas

- Neraca analitik

-- Cawan mesir

--- Pengering

— Pemanas

--- pH meter

--- Kertas saring

-- Pompa isap

- Eksikator

2.2.4 Prosedur

2.2.4.1 Timbang contoh sebagai berikut :

% Ni	Berat Contoh (g)	Toleransi (mg)
0,1 -- 1,0	3,00	1,0
1,0 -- 5,0	1,00	0,5

- 2.2.4.2 Larutkan contoh dalam gelas kimia 600 ml dengan 60 ml HCl (1+1) dan 10 ml HNO₃ pekat.
- 2.2.4.3 Panaskan sampai larut sempurna dan uap coklat dari oksida-oksida nitrogen habis.
- 2.2.4.4 Dinginkan dan tambahkan 30 ml HClO₄, panaskan sampai asap putih habis keluar dan lanjutkan pemanasan selama 5 menit.
- 2.2.4.5 Dinginkan dan encerkan sampai 100 ml kemudian saring dengan kertas saring kasar ke dalam gelas kimia 600 ml.
- 2.2.4.6 Pindahkan bahan yang tidak larut ke dalam kertas saring dan bilas gelas kimia dengan HCl (5+95) panas.
- 2.2.4.7 Cuci endapan dengan HCl (5+95) panas, kemudian dengan air panas sampai garam-garam besi turun, cuci kertas saring 3 kali masing-masing dengan 5 ml air panas, endapan dibuang.
- 2.2.4.8 Tambahkan 100 ml air dan 20 ml larutan amonium sitrat pada filtrat.
- 2.2.4.9 Gunakan pH meter, atur pH larutan sekitar 7,5 dengan menambahkan NH₄OH.
- 2.2.4.10 Asamkan dengan penambahan HCl sampai pH $6,3 \pm 0,1$. Tambahkan 10 ml larutan Dimetilglioksim berlebih.
- 2.2.4.11 Atur pH $7,4 \pm 0,1$ dengan pH meter. Angkat elektroda dan bilas dengan air.
- 2.2.4.12 Panaskan larutan pada suhu 50--70°C selama 30 menit, kemudian biarkan selama 4 jam pada suhu ruang.
- 2.2.4.13 Saring endapan dengan kertas saring kasar ϕ 12,5 cm, Bilas 5--7 kali dengan air dingin. Pindahkan kertas saring dan endapan pada gelas kimia. Bersihkan endapan yang menempel pada corong dengan sedikit kertas saring basah dan masukkan ke dalam gelas kimia.
- 2.2.4.14 Tambahkan 30 ml HNO₃ dan 15 ml HClO₄ uapkan sampai asap putih habis keluar dan teruskan pemanasan selama 5 menit.
- 2.2.4.15 Dinginkan dan tambah 50 ml air, saring dengan kertas saring kasar ϕ 11 cm bila ada endapan, Cuci kertas saring 5 kali dengan HCl (5+95) dan 3 kali dengan air. Buang endapannya.
- 2.2.4.16 Tambahkan 10 ml larutan ammonium sitrat dan 10 ml HCl. Gunakan pH meter atur pH sekitar 7,5 dengan penambahan NH₄OH. Angkat elektrodanya bilas dengan air, satukan hasil bilasan ke dalam gelas kimia.
- 2.2.4.17 Tambah 2 ml HCl dan encerkan sampai 200 ml dengan air. Sambil diaduk, tambahkan 10 ml larutan dimetilglioksim berlebih.
- 2.2.4.18 Gunakan pH meter, atur pH $7,4 \pm 0,1$ dengan penambahan NH₄OH. Angkat elektroda dan bilas dengan air. Panaskan pada suhu 50 -- 70°C selama 30 menit dan biarkan selama 4 jam pada suhu ruang.
- 2.2.4.19 Timbang cawan masir yang sebelumnya dipanaskan pada suhu 150°C dan dinginkan dalam eksikator.
- 2.2.4.20 Saring endapan dengan cawan masir. Bilas gelas kimia dengan air dan cuci endapan sebanyak 6 kali dengan air.

2.2.4.21 Keringkan endapan pada suhu 150°C sekurang-kurangnya 3 jam. Dinginkan dalam eksikator, dan timbang sampai beratnya tetap.

2.2.5 Perhitungan :

$$\% \text{ Ni} = \frac{(A - B) \times 0,2032}{C} \times 100$$

di mana :

A = Berat Cawan dengan endapan (g) 2.2.4.21
 B = Berat Cawan (g) 2.2.4.19
 C = Berat contoh (g) 2.2.4.1

3. LAMPIRAN

Penetapan kadar Nikel dalam Baja

- 3.1 No. Contoh :
- 3.2 Bahan :
- 3.3 Dibuat untuk :
- 3.4 Contoh diterima tanggal :
- 3.5 Tanggal Pengujian :
- 3.6 Metoda :
- 3.7 Hasil analisis kimia dari contoh asli dalam % berat
 - 1.
 - 2.
 - 3.
 - 4. Rata-rata
- 3.8 Nama Penguji
- 3.9 Tanda tangan/tanggal

DEWAN STANDARDISASI NASIONAL - DSN

Sekretariat : Sasana Widya Sarwono Lt. 5, Jln. Gatot Subroto 10, Jakarta 12710 Indonesia

Telp. : 5206574, 511542 pes. 294, 296, 305, 450

Fax : 5206574, 5207226, 583467 Telex : 62875 PDII IA : 62554 IA

Edisi 1993